تاثیر حجم فاز مایع روی توزیع نانولوله کربنی در زمینه مس-کروم در فرآیند آسیاکاری گلوله‌ای تر*

مریم مسرور(۱) سعید شیبانی(۲) ابوالقاسم عطائی(۳)

چکیده

پودر نانوکامپوزیت مس- ۱٪ کروم- ۵٪ نانولوله کربنی در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری و در دو حجم متفاوت از فاز مایع تولید گردید. تحولات ساختاری و تشکیل محلول جامد توسط طیف‌سنج پراش پرتو ایکس و تغییرات میکروساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. همچنین خواص مکانیکی نمونه‌ها با روش میکروسختی‌سنجی ارزیابی شد. میانگین اندازه کریستالیت‌ها بسته به شرایط آسیاکاری و حجم فاز مایع در محدوده‌ی ۹٤-٤٤ نانومتر به دست آمد. آسیاکاری تر در سطوح انرژی بالاتر و حجم فاز مایع کمتر ۱۰ میلی‌لیتر، روشی موثر در تولید نانوکامپوزیت زمینه مس با توزیع بهینه نانولوله‌های کربنی و کمترین آسیب وارد شده به آنها است. سختی حداکثر ۸۸ ویکرز در این شرایط بهینه به دست آمد.

واژه‌های کلیدی آسیاکاری تر، نانولوله کربنی، مس، نانوکامپوزیت

Pool Volume Influence on Carbon Nanotube Dispersion in Cu-Cr Matrix by Wet Ball Milling

M. Masroor S. Sheibani A. Ataie

Abstract

In this paper, the production of Cu-1wt%Cr-5wt%CNT nano-composites by wet milling process at three different levels of milling energy and two different pool volumes was investigated. The structural evolution and solid solution formation were evaluated by X-ray diffraction technique. The microstructure was characterized by scanning electron microscopy. The mechanical properties were also investigated by microhardness testing. The mean crystallite size was in the range of 44-94 nm depending on pool volume of milling medium and milling energy. It was found that wet milling at higher levels of milling energy and lower pool volumes of 10 ml can be a beneficial method of producing the nano-composite with the least damage introduction on homogeneously dispersed carbon nanotubes. Maximum hardness of 88 HV was obtained under optimum conditions.

Key Words Wet milling, Carbon Nanotube, Copper, Nano-Composite.

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹٤/٥/۲۱ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹٥/۱/۳۱ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

(۲) نویسنده مسئول استادیار، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

Email: ssheibani@ut.ac.ir

(۳) استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.49072

مقدمه

کامپوزیت‌های هیبریدی زمینه مس تقویت شده با ذرات سرامیکی و فلزی در سال‌های اخیر توجه پژوهشگران را به دلیل ویژگی‌های قابل توجه‌شان از جمله، خواص مکانیکی مناسب، هدایت الکتریکی و حرارتی بالا به خود جلب نموده‌اند. در این میان کامپوزیت مس-کروم یک کامپوزیت درجا محسوب می‌شود. با این حال کروم در زمینه مس به دلیل گرمای اختلاط مثبت، حد حلالیت اندکی دارد که این پدیده منجر به تولید محلول جامد فوق اشباع مس-کروم می‌گردد [1-3]. از سوی دیگر نانولوله‌های کربنی (Carbon Nanotubes) به دلیل ویژگی‌های منحصر به فرد انتخاب مناسبی برای استفاده در کامپوزیت‌های زمینه فلزی، پلیمری و سرامیکی به حساب می‌آیند. به طور مثال، مدول الاستیک این مواد تا ۱/۲ تراپاسکال گزارش شده است، که قابل مقایسه با مدول الماس است و همچنین استحکامی در حدود ۱۰-۱۰۰۰ برابر فولادهای با استحکام بالا دارند [4]. تاکنون اغلب پژوهش‌هایی که بر روی کامپوزیت‌های تقویت شده با نانولوله‌های کربنی صورت گرفته است، بر روی کامپوزیت‌های زمینه پلیمری و سرامیکی بوده و پژوهش‌های اندکی بر روی کامپوزیت‌های زمینه‌فلزی تقویت شده با این مواد صورت گرفته است. علت این امر را می‌توان دشواری در توزیع یکنواخت نانولوله‌ها در زمینه فلزی دانست. زیرا این مواد به دلیل پیوند ضعیف‌شان با زمینه فلزی و همچنین اختلاف در چگالی با زمینه، تمایل به کلوخه‌ای شدن (Agglomeration) دارند [5]. در سال‌های اخیر تعدادی پژوهش بر روی توزیع نانولوله‌ها در زمینه مس به روش‌های متفاوت صورت گرفته است. یانگ و همکارانش [6] نانوکامپوزیت زمینه مس تقویت شده با نانولوله‌ها را به روش اختلاط در سطح مولکولی تولید کردند و نشان دادند که نانولوله‌ها در زمینه مس توزیع یکنواختی دارند. سای و همکارانش [7] کامپوزیت مس-نانولوله کربنی را با روش منحصر به فردی از فشرده‌سازی پودر و پیچش تحت فشار بالا (High Pressure Torsion) تولید کردند و نشان دادند که حضور نانولوله‌ها نقش اساسی در خواص مکانیکی کامپوزیت ایفا می‌کند. علاوه بر حضور نانولوله‌ها به عنوان تقویت‌کننده، این امکان نیز وجود دارد که با بکاربردن عنصر دیگر مانند کروم به عنوان عنصر آلیاژی و تشکیل دهنده رسوب فلزی کامپوزیت هیبریدی تولید کرد. ضمنا حضور عنصر آلیاژی، فصل مشترک مس و نانولوله‌ها را بهبود بخشید. چو و همکارانش [8] کامپوزیت مس-کروم - نانولوله کربنی را تولید کرده و نشان دادند که تشکیل لایه‌ی کاربیدی کروم در فصل مشترک مس و نانولوله‌های کربنی باعث بهبود این فصل مشترک می‌شود.

در میان روش‌های متفاوت تولید نانوکامپوزیت‌ها، آسیاکاری مکانیکی روشی ساده و کم هزینه است. از سوی دیگر این روش قابلیت تولید کامپوزیت‌های زمینه فلزی تقویت شده با نانولوله‌های کربنی با توزیع مناسب را دارد [7,9,10]. در مقابل این ویژگی‌های روش آسیاکاری مکانیکی، آگلومره شدن و آسیب‌های وارده به نانولوله‌ها حین این فرآیند، مورفولوژی و خواص مکانیکی و فیزیکی آنها را تحت تاثیر قرار می‌دهد [11,12]. آسیاکاری تر و روش‌های عامل‌دار کردن از جمله روش‌های دیگری هستند که به منظور توزیع بهینه نانولوله‌ها در زمینه مورد استفاده قرار می‌گیرند [13,14]. با این حال روش‌های عامل‌دار کردن نیاز به دانش بالایی از شیمی سطحی نانولوله‌ها دارد و در مقایسه با آسیاکاری در محیط تر روش زمان‌بری است. ستوده‌نیا و همکارانش [15] با افزودن نانولوله‌ها به زمینه فلزی آهن و انجام آسیاکاری تر نشان دادند که در حضور فاز مایع نانولوله‌ها به صورت همگنی در ساختار توزیع شده‌اند، که این امر موجب بهبود خواص کامپوزیت می‌گردد. همچنین ژو و همکارانش [16] توانستند نانولوله‌های کربنی را به صورت یکنواخت در زمینه آنتیموان در حضور فاز مایع استون به کمک آسیاکاری تر توزیع

کنند. با توجه به مطالعات انجام شده دیده شده است که پژوهش‌های اندکی در مورد روش آسیاکاری تر به منظور بهبود توزیع نانولوله‌های کربنی صورت گرفته است، اما پژوهشی که تاثیر میزان فاز مایع را بر روی نحوه‌ی توزیع نانولوله‌های کربنی در روش آسیاکاری تر نشان دهد گزارش نشده است. در این پژوهش نانوکامپوزیت زمینه مس حاوی ۱ درصد وزنی کروم و ۵ درصد وزنی نانولوله کربنی به روش آسیاکاری تر، در حضور اتانول به عنوان فاز مایع در دو میزان متفاوت تولید شد. تاثیر میزان اتانول در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری بر نحوه‌ی توزیع نانولوله‌های کربنی و خواص مکانیکی کامپوزیت مورد بررسی قرار گرفته است.

روش انجام آزمایش

مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش شامل، پودر مس (٪۹۹/۵، اندازه ذرات بیش از ۷۵ میکرون)، پودر کروم (٪۹۹/۵، اندازه ذرات بیش از ۷۵ میکرون) و نانولوله‌ی کربنی چند دیواره (طول حدود ۱۰ میکرون، قطر حدود ۱۰-۳۰ نانومتر) با خلوص ٪۹۰ است. نانولوله‌ها ابتدا به مدت ۹۰ دقیقه اولتراسونیک شده تا آگلومره‌های اولیه از بین برود. مدل دستگاه التراسونیک مورد استفاده UltraVGT-17300TV با فرکانس ۴۰ کیلوهرتز و توان مصرفی ۱۲۰ وات بوده است. در مرحله اول آلیاژ زمینه مس – کروم به صورت محلول جامد تهیه شد. بدین منظور مخلوط پودر مس و کروم به کمک آسیای سیاره‌ای پرانرژی (مدل PM2400) در محفظه‌ی فولادی، تحت گاز آرگون به منظور جلوگیری از اکسیداسیون و با حضور ٪۱ وزنی تولوئن به عنوان عامل کنترل کننده فرآیند، آسیا شدند. نسبت وزنی گلوله به پودر برابر ۳۰ به ۱ و سرعت چرخش دستگاه ۳۰۰ دور بر دقیقه تنظیم شدند. در مرحله اول آسیاکاری تا ۳۰ ساعت ادامه یافت و با استفاده از نتایج بدست آمده از پراش اشعه ایکس نمونه‌ی پودری، ۲۰ ساعت به عنوان زمان کافی به منظور رسیدن به شرایط پایدار تشکیل محلول جامد مس- کروم انتخاب شد.

در مرحله‌ی دوم محلول جامد مس-کروم به همراه ۵ ٪ وزنی نانولوله کربنی به مدت ۵ ساعت در حضور ۱۰ و ۲۵ میلی‌لیتر اتانول تحت آسیاکاری تر قرار گرفت. شایان ذکر است که شرایط آسیاکاری در مرحله دوم در سه سطح متفاوت از شدت انرژی انجام گرفت تا اثر همزمان میزان فاز مایع و شدت آسیاکاری بر توزیع نانو لوله‌ها مورد بررسی قرار گیرد. پس از پایان فرآیند آسیاکاری، نمونه لجن مانند حاصل بر روی صفحه‌ی داغ (Hot Plate) تا دمای ۸۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شد تا الکل تبخیر شود. انواع نمونه تولید شده به تفکیک شرایط تولید در جدول (۱) خلاصه شده است.

جدول ۱ نمونه‌های تولید شده تحت شرایط متفاوت شدت آسیاکاری و میزان فاز مایع

نمونه	سرعت چرخش (دور بر دقیقه)	نسبت وزنی گلوله به پودر	حجم فاز مایع (میلی‌لیتر)
WM1	۲۰۰	۱۰	۱۰
WM2	۲۰۰	۱۰	۲۵
WM3	۳۰۰	۱۰	۱۰
WM4	۳۰۰	۱۰	۲۵
WM5	۳۰۰	۳۰	۱۰
WM6	۳۰۰	۳۰	۲۵

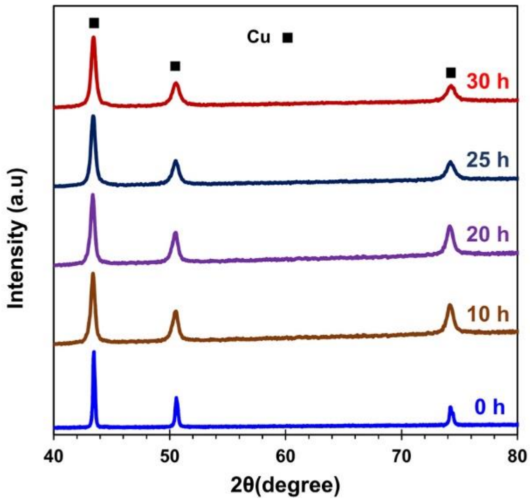
تغییرات ساختاری در پودرها حین آسیاکاری توسط دستگاه پراش اشعه ایکس (X-Ray Diffraction, XRD) (Philips PW3170) با اشعه $Cu\text{-}K_\alpha$ مورد بررسی قرار گرفت. پارامتر شبکه مس مربوط به نمونه‌های پودری با توجه به میزان انتقال پیک‌های مس در الگوهای پراش پرتو ایکس محاسبه گردید [1]. همچنین میانگین اندازه کریستالیت نیز توسط نمودار ویلیامسون-هال (Williamson-Hall) بدست آمد [16]. میکروساختار نمونه‌ها توسط دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبش میدانی (Scanning Electron

Microscopy, SEM) (Camscan MV2300) مورد بررسی قرار گرفت. به منظور بررسی میکروسختی نمونه‌ها، دستگاه WOLPERT-WERKE GMBH D-6700 استفاده شد. به این منظور ابتدا پودرها مانت و سپس پولیش شدند. اندازه‌گیری میکروسختی برای ۱۰ نقطه‌ی متفاوت از نمونه‌ها تحت بار ۱۰۰ گرم و به مدت ۱۵ ثانیه صورت گرفت. همچنین سطوح شدت انرژی آسیاکاری بنابر پارامترهای آسیاکاری و مطابق با مدل برخورد [17-19] به سه سطح انرژی کم (سرعت ۲۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱)، متوسط (سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱) و زیاد (سرعت ۳۰۰ دور بر دقیقه، نسبت گلوله به پودر ۳۰ به ۱) تقسیم‌بندی شدند.

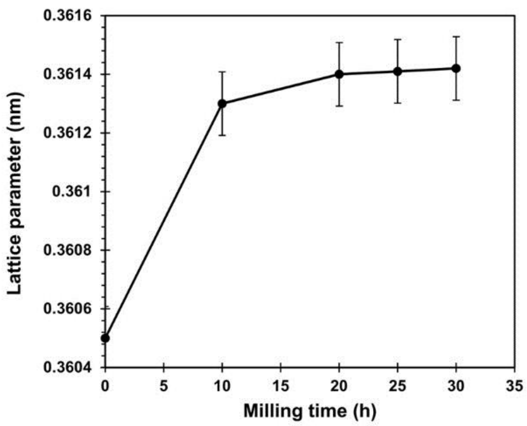
نتایج و بحث

نتایج ساختاری: شکل (۱) الگوهای پراش پرتو ایکس مخلوط پودری مس همراه با ۱ درصد کروم آسیا شده برای مدت زمان تا ۳۰ ساعت را نشان می‌دهد. ملاحظه می‌شود که با گذشت زمان آسیاکاری پیک‌های مربوط به مس با افزایش زمان آسیاکاری پهن‌تر می‌شوند. دلیل این امر را می‌توان به تغییرشکل پیوسته پودرها حین آسیاکاری ارتباط داد که باعث ایجاد عیوب ساختاری می‌شود. علاوه بر این پیک‌ها به سمت زوایای کمتر جابجا شده‌اند، که دلیل این امر را می‌توان افزایش پارامتر شبکه‌ی مس دانست [20].

به منظور بررسی زمان انحلال ۱ درصد وزنی کروم در شبکه‌ی مس و تشکیل شدن محلول جامد مس – کروم، پارامتر شبکه مس از الگوهای پراش پرتو ایکس محاسبه شده است. شکل (۲) تغییرات پارامتر شبکه مس بر حسب زمان آسیاکاری را نشان می‌دهد. افزایش قابل توجه پارامتر شبکه تا ۲۰ ساعت آسیاکاری و عدم تغییر محسوس پس از ۲۰ ساعت نشان می‌دهد که، محلول جامد در مدت زمان حدود ۲۰ ساعت تشکیل شده است. از طرف دیگر به منظور اطمینان از انحلال کامل ۱ درصد وزنی کروم، پارامتر شبکه نهایی مس آسیا شده به مدت ۲۰ ساعت با پارامتر شبکه محلول جامد مس – ۱ درصد وزنی کروم تهیه شده از انجماد سریع [1] مقایسه شده و ملاحظه شد که مطابقت کافی بین پارامترهای شبکه وجود دارد.



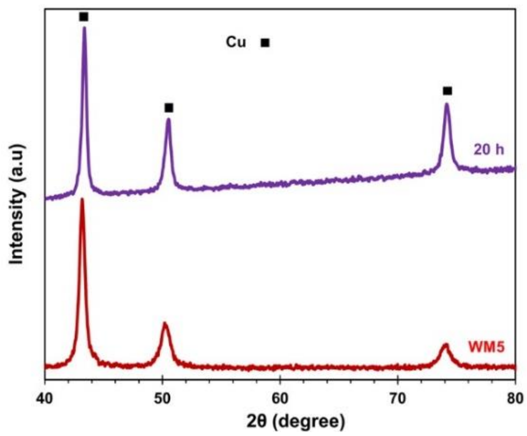
شکل ۱ الگوهای پراش پرتو ایکس مخلوط پودری نمونه مس– ۱ درصد وزنی کروم برحسب زمان آسیاکاری



شکل ۲ پارامتر شبکه مس بر حسب زمان آسیاکاری

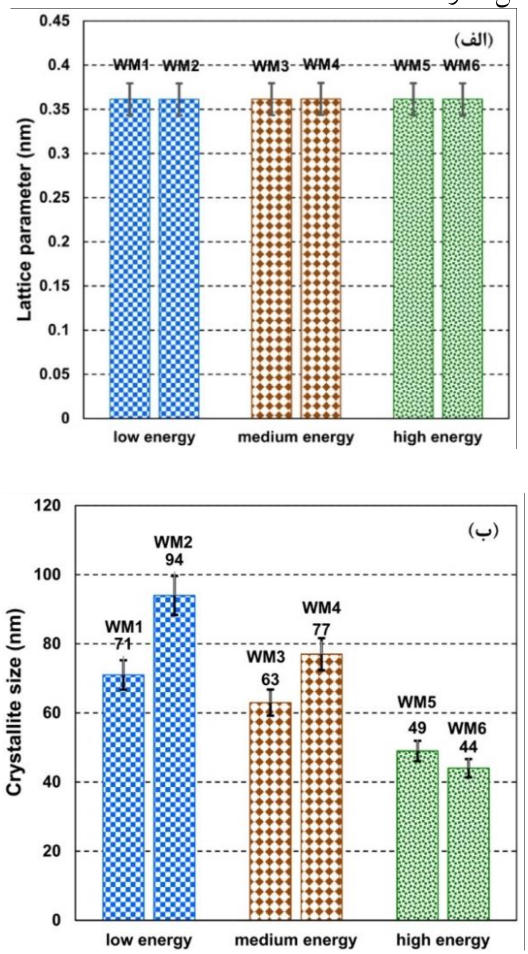
بنابر نتایج به دست آمده از شکل (۲)، آلیاژ محلول جامد مس – ۱ درصد وزنی کروم تهیه شده پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری پودر به عنوان آلیاژ زمینه به منظور افزودن ۵ درصد وزنی نانولوله کربنی در نظر گرفته شد. آسیاکاری در حضور ۱۰ و ۲۰ میلی لیتر اتانول تا ۵

ساعت دیگر ادامه پیدا کرد. به منظور بررسی تغییرات ساختاری ناشی از آسیاکاری تر، الگوهای پراش پرتو ایکس یکی از نمونه‌ها (WM5) در مقایسه با نمونه‌ی ۲۰ ساعت آسیا شده در شکل (۳) نشان داده شده است. لازم به ذکر است با توجه به تشابه الگوی پراش نمونه‌های آسیاکاری تر شده تحت شرایط متفاوت، تنها الگوی پراش نمونه‌ی WM5 به عنوان نمونه در شکل (۳) مقایسه شده است. ملاحظه می‌شود که آسیاکاری تر پودر آلیاژی زمینه با نانولوله‌ها تاثیر قابل توجهی بر تغییرات ساختاری نمونه نداشته است. لازم به ذکر است، علت مشاهده نشدن پیک‌های مربوط به کروم و نانولوله کربنی، عدم توانایی روش پراش اشعه ایکس در تشخیص عناصر با درصد وزنی کم است. ضمنا ریز بودن اندازه نانولوله‌های کربنی و قرارگیری آنها در زمینه مس هم دلیل دیگری مبنی بر عدم مشاهده پیک آنها است [21].



شکل ۳ مقایسه الگوی پراش پرتو ایکس نمونه WM5 در مقایسه با نمونه‌ی ۲۰ ساعت آسیا شده

به منظور بررسی‌های بیشتر بر روی اثر همزمان شرایط آسیاکاری و میزان فاز مایع بر توزیع نانولوله‌ها در زمینه نانوکامپوزیت، پارامتر شبکه و اندازه کریستالیت‌ها بر حسب سطوح مختلف شدت انرژی آسیاکاری در شکل (٤) مقایسه شده‌اند. شکل (٤-الف) نشان می‌دهد که پارامترهای شبکه تقریباً برابرند و در حدود ۰/۳٦۱۵ نانومتر است. لذا ۵ ساعت آسیاکاری تر با حضور نانولوله‌های کربنی تاثیری بر حلالیت کروم در مس ندارد.



شکل ٤ الف) تغییر پارامتر شبکه مس و ب) میانگین اندازه کریستالیت‌ها بر اساس سطوح مختلف شدت انرژی آسیاکاری

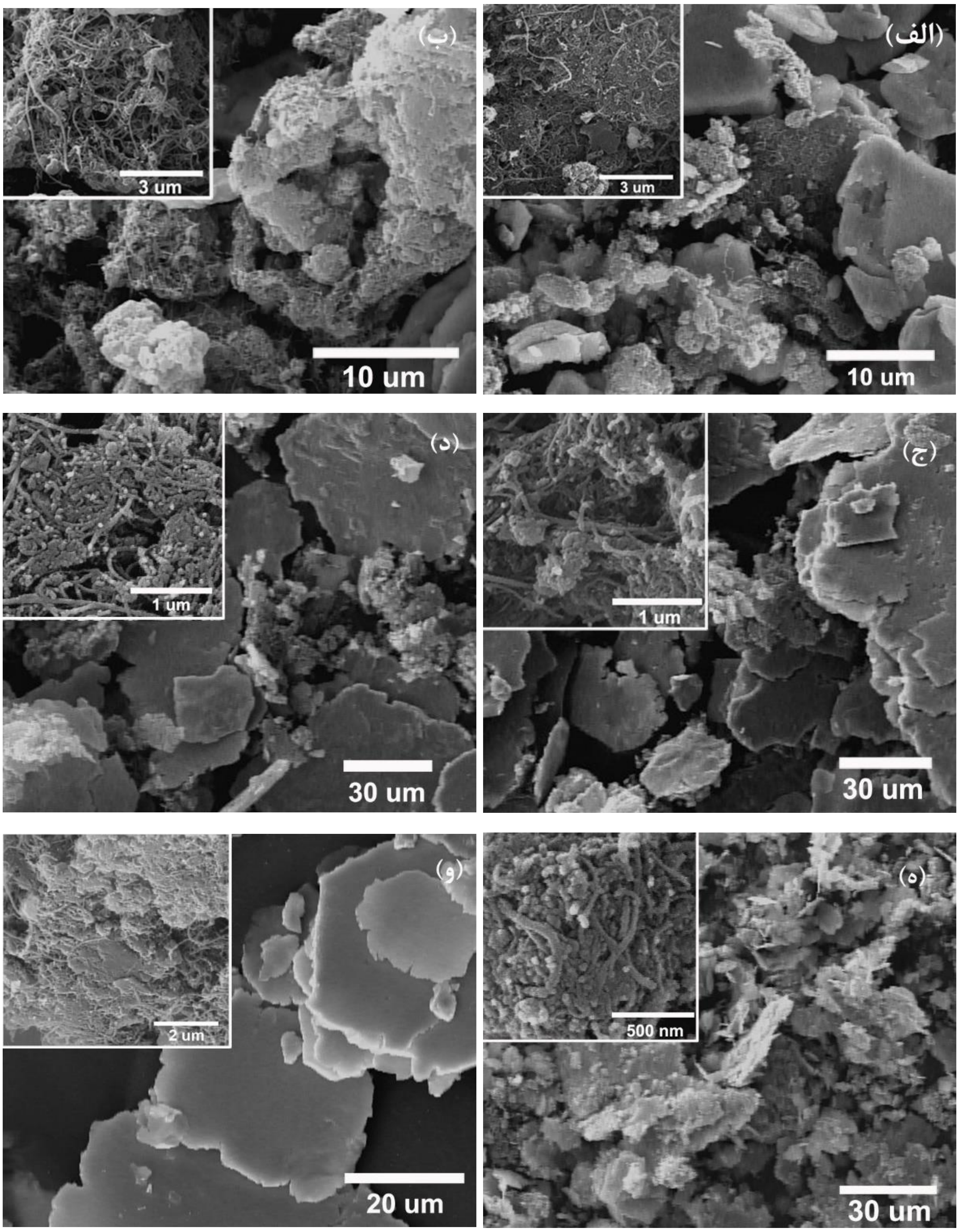
با توجه به شکل (٤ - ب) می‌توان مشاهده کرد که به طور کلی با افزایش شدت انرژی آسیاکاری، اندازه کریستالیت‌ها کاهش یافته است. دلیل این موضوع به صرف شدن انرژی مکانیکی آسیاکاری به صورت عیوب شبکه‌ای مانند مرزدانه‌ها و نابجایی‌ها در ساختار ماده مربوط می‌شود که کاهش اندازه کریستالیت‌ها را به دنبال دارد [20]. همچنین حضور نانولوله کربنی می‌تواند یکی از عوامل موثر بر کاهش اندازه کریستالیت‌ها باشد. در بررسی قبلی انجام شده [22]،

رفتاری مشابه مشاهده شده است.

از طرف دیگر در آسیاکاری تر، تاثیر حجم فاز مایع روی اندازه کریستالیت با افزایش شدت انرژی آسیاکاری کاهش می‌یابد. به عبارت دیگر در سطوح شدت انرژی آسیاکاری کم و متوسط، اندازه کریستالیت‌ها پس از ۵ ساعت آسیاکاری با حضور فاز مایع بیشتر (۲۵ میلی‌لیتر) نسبت به فاز مایع کمتر (۱۰ میلی‌لیتر) افزایش یافته است. علت احتمالا به انتقال انرژی کمتر از سیستم آسیاکاری مکانیکی (حاصل از برخورد گلوله‌ها) به مخلوط پودری با حضور حجم زیاد اتانول مربوط می‌شود. با این حال در شرایط آسیاکاری با شدت انرژی بیشتر، اندازه کریستالیت پس از ۵ ساعت آسیاکاری با حضور فاز مایع زیاد (۲۵ میلی‌لیتر) و کم (۱۰ میلی‌لیتر) تفاوت قابل ملاحظه‌ای نشان نمی‌دهد و احتمالا در شرایط آسیاکاری با شدت زیاد، انرژی مکانیکی منتقل شده به مخلوط پودر در دو حالت تفاوت چندانی نداشته است.

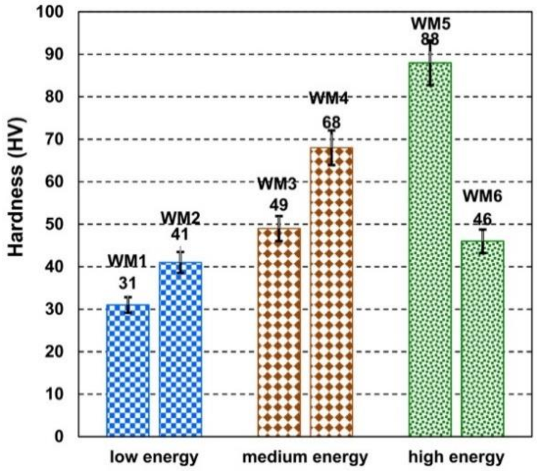
نتایج میکروسکوپی به منظور ارزیابی اثر شرایط آسیاکاری تر روی میکروساختار، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های آسیاکاری شده تحت شرایط مختلف در شکل (۵) نشان داده شده است.

شکل‌های (۵- الف و ۵- ب) مربوط به نمونه‌های آسیاکاری شده در سطح انرژی آسیاکاری کم هستند. همان‌طور که از مورفولوژی نمونه WM1 در شکل (۵- الف) مشخص است، این شرایط آسیاکاری با انرژی کم برای توزیع نانولوله‌ها در ساختار زمینه کافی نیست. شکل (۵- ب) نیز همین موضوع برای نمونه WM2 که با حجم اتانول بیشتری آسیا شده را نشان می‌دهد. با این وجود حجم بیشتر فاز مایع (۲۵ میلی‌لیتر) حین آسیاکاری سبب شده آسیب کمتری به نانولوله وارد شود. شکل‌های (۵-ج) و (۵-د) به ترتیب مربوط به نمونه‌های WM3 و WM4 آسیا شده در سطح انرژی متوسط هستند. با توجه به اعمال شدت انرژی آسیاکاری بیشتر در این حالت، به نظر می‌رسد نانولوله‌ها بهتر داخل ساختار آلیاژ زمینه قرار گرفته‌اند. با این حال هنوز در مناطقی از نمونه نانولوله‌های کلوخه‌ای شده مشاهده می‌شود. شکل‌های (۵- ه) و (۵- و) به ترتیب مربوط به نمونه‌های WM5 و WM6 آسیا شده در سطوح شدت انرژی آسیاکاری زیاد هستند. همان‌طور که در شکل (۵-ه) دیده می‌شود در مقایسه با حالت انرژی کم و متوسط، توزیع مطلوبی از نانولوله‌ها در میان آلیاژ زمینه به دست آمده است. با این حال مشابه نمونه‌های WM2 و WM4 با آسیاکاری در حجم اتانول بیشتر، علی‌رغم آسیب‌دیدگی کمتر نانولوله‌ها، کلوخه‌ای شدن آنها در مناطقی از شکل (۵- و) هم دیده می‌شود. بنابراین برای آسیاکاری تر، در سطوح انرژی آسیاکاری زیاد و حجم فاز مایع کمتر، توزیع و قرارگیری بهینه نانولوله‌ها در ساختار را به دنبال دارد. ضمن آنکه آسیب دیدگی قابل توجهی هم به نانولوله‌ها وارد نشده است. به طور کلی، توزیع بهتر نانولوله‌ها در حجم اتانول کمتر تنها در سطح انرژی زیاد دیده شده است. دلیل این امر احتمالا کافی بودن انرژی آسیاکاری در این سطح انرژی به منظور توزیع نانولوله‌ها است. در واقع در سطوح انرژی کم و متوسط، حجم اتانول بیشتر می‌تواند به توزیع بهتر نانولوله¬ها کمک کند. با این حال در سطوح انرژی بالاتر، نقش اتانول در توزیع نانولوله‌ها کمتر شده و روی جلوگیری از آسیب‌دیدگی نانولوله‌ها موثرتر خواهد بود.



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های الف) WM1، ب) WM2، ج) WM3، د) WM4، ه) WM5 و و) WM6

نتایج میکروسختی میکروسختی نمونه‌های مختلف در شکل (٦) مقایسه شده است. همچنین برای مقایسه بهتر، متوسط سختی مربوط به ذرات آلیاژی آسیاکاری شده بدون نانولوله کربنی حدود HV ۲۳ بوده است. همان‌طور که دیده می‌شود با افزایش شدت انرژی آسیاکاری میزان سختی افزایش یافته است. این رفتار افزایشی به نتایج قبلی بیان شده یعنی روند کاهشی اندازه کریستالیت، توزیع بهتر نانولوله‌ها و همچنین کارسختی حاصل از افزایش سطح انرژی آسیاکاری مربوط است.



شکل ٦ مقایسه میکروسختی نمونه‌های مختلف

موضوع دیگر در ارتباط با شرایط آسیاکاری با شدت انرژی کم و متوسط، سختی بیشتر نمونه‌های آسیا شده در حجم اتانول ۲۵ میلی‌لیتر (WM1 و WM3) نسبت به حجم اتانول ۱۰ میلی‌لیتر (WM2 و WM4) است. علت این موضوع احتمالا به آسیب کمتر وارد شده به نانولوله‌ها در شرایط آسیاکاری در حجم محلول بیشتر مربوط می‌شود. نکته قابل توجه در شکل (٦) در مورد نتایج مربوط به شرایط آسیاکاری با شدت انرژی زیاد است که رفتاری معکوس دیده می‌شود. زیرا علی‌رغم تفاوت نه چندان زیاد اندازه کریستالیت در این حالت برای آسیاکاری در حجم اتانول کم و زیاد (نمونه‌های WM5 و WM6 در شکل ٤-ب) اما سختی نمونه WM5 که در حجم اتانول کمتر آسیا شده حدود دو برابر نمونه WM6 است که در حجم محلول زیاد آسیا شده است. علت این موضوع را می‌توان به توزیع بسیار بهتر و مطلوب نانولوله‌های کربنی در نمونه WM6 مربوط دانست که در شکل (٥- ه) دیده شد. لذا می‌توان نتیجه گرفت که علاوه بر تاثیر اندازه کریستالیت و میزان آسیب‌دیدگی روی سختی، نحوه توزیع نانولوله‌ها می‌تواند سهم قابل توجهی در سختی نمونه‌ها داشته باشد. لذا در شرایط آسیاکاری تر با شدت انرژی زیاد و حجم اتانول ۱۰ میلی‌لیتر، نقش توزیع بهینه نانولوله‌ها اهمیت بیشتری پیدا کرده است.

نتیجه‌گیری

پودر نانوکامپوزیت مس- ۱٪ کروم- ٥٪ نانولوله‌کربنی در سه سطح متفاوت از شدت انرژی آسیاکاری و در دو حجم اتانول ۱۰ و ۲۵ میلی‌لیتر به عنوان فاز مایع تحت آسیاکاری تر، تولید شد. دیده شد که با تغییر شدت آسیاکاری میزان اتانول، پارامتر شبکه نمونه‌های کامپوزیتی تقریبا برابر هستند. در صورتی که میانگین اندازه کریستالیت‌ها یکسان نیست. در سطوح انرژی کم و متوسط، با افزایش میزان فاز مایع و در واقع کاهش انرژی مکانیکی منتقل شده به مخلوط پودری میانگین اندازه کریستالیت‌ها کاهش یافته است. طبق نتایج بدست آمده از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی، با افزایش شدت انرژی آسیاکاری در حجم فاز مایع کمتر، توزیع یکنواخت‌تری از نانولوله‌ها در زمینه آلیاژی به دست می‌آید. همچنین نتایج آزمون میکروسختی نشان داد که در سطوح انرژی بالاتر به دلیل کافی بودن انرژی لازم برای توزیع نانولوله‌ها، در مقادیر کمتری از فاز مایع می‌توان به سختی بالا دست یافت. به طور کلی آسیاکاری تر با شرایط کنترل شده روشی مناسب به منظور بهبود توزیع یکنواخت نانولوله‌های کربنی در زمینه فلزی مس و همچنین با حداقل آسیب به نانولوله‌های کربنی است.

مراجع

1. Correia J., Davies H.C., Sellars C.M., "Strengthening in rapidly solidified age hardened Cu-Cr and Cu-Cr-Zr alloys", *Acta Materialia*, Vol. 45, No. 1, pp. 177-190, (1997).

2. Jin Y., Adachi K., Takeuchi T., Suzuki H.G., "Ageing characteristics of Cu–Cr in situ composite", *Materials Science*, Vol. 33, pp. 1333–1341, (1998).

3. Gao N., Huttunen-Saarivirta E., Tiainen T., Hemmila M., "Influence of prior deformation on the age hardening of a phosphorus-containing Cu-0.61 wt.% Cr alloy", *Mateials Science and Engineering A*, Vol. 342, pp. 270–278, (2003).

4. Akbarpour M.R., Salahi E., Alikhani Hesari F., Simchi A., Kim H.S., "Fabrication, characterization and mechanical properties of hybrid composites of copper using the nanoparticulates of SiC and carbon nanotubes", *Materials science and engineering A*, Vol. 572, pp. 83-90, (2013).

5. Cho S., Kikuchi K., Kawasaki A., "On the role of amorphous intergranular and interfacial layers in the thermal conductivity of a multi-walled carbon nanotube–copper matrix composite", *Acta Materialia*, Vol. 60, No. 2, pp. 726-736, (2012).

6. Kim K., Eckert J., Liu G., Prak J., Lim B., Hong S., "Influence of embedded-carbon nanotubes on the thermal properties of copper matrix nanocomposites processed by molecular-level mixing", *Scripta Materialia*, Vol. 64, No. 2, pp. 181-184, (2011).

7. Tsai P.C., Jeng Y.R., "Experimental and numerical investigation into the effect of carbon nanotube buckling on the reinforcement of CNT/Cu composites", *Composites Science and Technology*, Vol. 79, pp. 28-34, (2013).

8. Chu K., Jia C., Jiang L.K., Li W., "Improvement of interface and mechanical properties in carbon nanotube reinforced Cu–Cr matrix composite", *Materials & Design*, Vol. 45, pp. 407-411, (2013).

9. Kim B., Oh S., Yun H., Ki J., Kim C., Baik S., Lim B., "Synthesis of Cu–CNT Nanocomposite Powder by Ball Milling", *Nanoscience and nanotechnology*, Vol. 9, No. 12, pp.7393-7397, (2009).

10. Yadav T.P., Yadav R.M., Singh D.P., "Mechanical milling: a top down approach for the synthesis of nanomaterials and nanocomposites", *Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 2, No. 3, pp. 22-48, (2012).

11. Zhang S., Yuhua C., Bin W., Song R., Song H., Zhou J., Chen X., Liu J., Cao L., "Control of graphitization degree and defects of carbon blacks through ball-milling", *RSC Advances*, Vol. 4, No. 1, pp. 505-509, (2014).

12. Tao Z., Geng H., Yu K., Yang Z., Wang Y., "Effects of high-energy ball milling on the morphology and the field emission property of multi-walled carbon nanotubes", *Materials Letters*, Vol. 58, No. 27, pp. 3410-3413, (2004).

13. Zhou X., Dai Z., Bao J., Guo Y., "Wet milled synthesis of a Sb/MWCNT nanocomposite for improved sodium storage", *Materials Chemistry A*, Vol. 1, No. 44, pp. 13727-13731, (2013).

14. Ozkan A., Yekeler M., Calkaya M., "Kinetics of fine wet grinding of zeolite in a steel ball mill in comparison to dry grinding", *Mineral Processing*, Vol. 90, No. 1, pp.67-73, (2009).

15. Sotoudehnia M.M., Paúl A., "Dispersion of carbon nanotubes in iron by wet processing for the preparation of iron–carbon nanotube composites", *Powder Technology*, Vol. 258, pp. 1-5, (2014).

16. Williamson G., Hall W., "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram", *Acta metallurgica*, Vol. 1, No. 1, pp. 22-31, (1953).

17. Burgio N., Iasonna A., Magini M., Martelli S., Padella F., "Mechanical alloying of the Fe_Zr system Correlation between input energy and end products", *Il Nuovo Cimento D*, Vol. 13, pp. 459-476, (1991).

18. Magini M., Iasonna A., Padella F., "Ball milling: an experimental support to the energy transfer evaluated by the collision model", *Scripta Materialia*, Vol. 34, pp. 13-19, (1996).

19. Murty B., Mohan Rao M., Ranganathan S., "Milling maps and amorphization during mechanical alloying", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 43, pp. 2443-2450, (1995).

20. Suryanarayana C., "Mechanical alloying and milling", *CRC Press Publication*, (2004).

21. Guinier A., Dexter D.L., "X-Ray Studies of Materials", *Interscience Publishers*, (1963).

22. Wang L., Choi H., Myoung J.M., Lee W., "Mechanical alloying of multi-walled carbon nanotubes and aluminium powders for the preparation of carbon/metal composites", *Carbon*, Vol. 47, pp. 3427-3433, (2009).